

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

28.04.03

3

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 4月19日

REC'D 27 JUN 2003

出願番号

Application Number:

特願2002-118405

WIPO

PCT

[ST.10/C]:

[JP2002-118405]

出願人

Applicant(s):

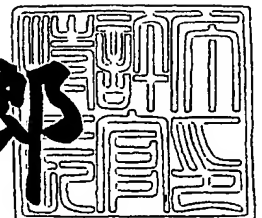
独立行政法人産業技術総合研究所

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3046166

【書類名】 特許願

【整理番号】 325-02038

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B01J 20/34

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

【氏名】 小林 悟

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

【氏名】 菊川 伸行

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

【氏名】 菅澤 正己

【発明者】

【住所又は居所】 長野県上田市常田 3 丁目 1 5 番 1 号 信州大学繊維学部機能機械学科内

【氏名】 山浦 逸雄

【特許出願人】

【識別番号】 301021533

【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所

【代表者】 吉川 弘之

【電話番号】 0298-61-3280

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2002- 88617

【出願日】 平成14年 3月27日

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 吸着剤の加熱再生方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 吸着剤に吸着された吸着物質を加熱脱着させて該吸着剤を再生する方法において、該吸着物質を含有する吸着剤に、キューリー点が 5 0 ～ 3 5 0 ℃ の磁性体の存在下でマイクロ波を照射するか又は高周波を印加して、該磁性体を発熱させるとともに、この発熱によって該吸着剤を加熱することを特徴とする吸着剤の加熱再生方法。

【請求項 2】 該吸着剤に該磁性体が分散されて含んでいることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 該磁性体を含まない該吸着剤が充填層の形態に保持され、該磁性体が該充填層に分散されていることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、吸着物質を含有する使用済み吸着剤の加熱再生方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

吸着剤としては、粒状や繊維状の活性炭や、シリカゲルやアルミナ、ゼオライト等が知られている。これらの吸着剤は、有機物質等の吸着性物質の吸着に用いられているが、その吸着処理後には、吸着剤は、これを加熱して、それに吸着されている吸着物質を脱離させることにより、再生することが必要とされる。

【 0 0 0 3 】

吸着物質を含有する吸着剤の加熱再生方法としては、吸着剤を 1 0 5 ～ 1 5 0 ℃ のスチームと接触させる方法が一般に採用されている。そして、この方法の場合、吸着剤からの脱着物はスチームとの混合物であることから、脱着物を回収するために、その混合物を冷却液化し、そして脱着物をスチームの凝縮により生じた水から分離させる方法が行なわれている。

しかしながら、このようなスチームを用いた脱着と再生は、一般に装置が大掛かりとなり、蒸気管理を必要とする上、スチームによる吸着剤の加熱は、外部からの伝熱によっているためにその加熱効率は余り高くなく、さらに装置全体における熱のロスを考慮に入れるとその加熱効率はかなり低く、ランニングコストが高くつくのが現状であった。また、脱着物の回収には、脱着物を水から分離せねばならないため、公害防止のための厳しい水管理が必要であった。

#### 【 0 0 0 4 】

吸着剤からの吸着物質の加熱脱着を、スチームを用いずに、マイクロ波照射による方法も提案されているが、この方法の場合、吸着剤の温度コントロールや均一加熱が困難である等の問題点を含み、未だ満足すべき方法ではなかった。

#### 【 0 0 0 5 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、吸着剤を含有する吸着剤の加熱再生方法において、その加熱再生を簡便かつ効率よく実施し得る方法を提供することをその課題とする。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明によれば、吸着剤に吸着された吸着物質を加熱脱着させて該吸着剤を再生する方法において、該吸着物質を含有する吸着剤に、キュリー一点が50～350℃の磁性体の存在下でマイクロ波を照射するか又は高周波を印加して、該磁性体を発熱させるとともに、この発熱によって該吸着剤を加熱することを特徴とする吸着剤の加熱再生方法が提供される。

#### 【 0 0 0 7 】

##### 【発明の実施の形態】

本発明は、吸着物質を含有する吸着剤を加熱して該吸着物質を該吸着剤から脱離し、該吸着剤を再生する方法において、該吸着物質を含有する吸着剤に、磁性体の存在下でマイクロ波を照射するか又は高周波を印加して該磁性体を発熱させ、これによって該吸着剤を加熱することを特徴とする。

## 【 0 0 0 8 】

本発明者らは、吸着物質を含有する吸着剤を加熱して再生する方法について種々の研究を重ねたところ、該吸着剤に磁性体の存在下でマイクロ波を照射するか又は高周波を印加して（以下マイクロ波等を照射してともいう）該磁性体を発熱させ、その発熱を利用して該吸着剤を加熱するときには、吸着剤を簡便かつ効率よく再生し得ることを見出した。

## 【 0 0 0 9 】

図 1 に、キュリー点が 1 4 0 ℃である磁性体にマイクロ波 2 0 0 W を照射したときの磁性体の温度変化を示す。

この図 1 からわかるように、磁性体はマイクロ照射により迅速に温度上昇し、そして一定温度（キュリー点近く）に保持される。

本発明者らは、マイクロ波照射による磁性体の発熱について、図 2 に示すように、そのマイクロ波パワー（ワット）を種々変化させたところ、1 0 0 ～ 3 0 0 ワットのマイクロ波照射では、その磁性体温度は大きく変化せず、その磁性体温度は、その磁性体のキュリー点以上には上昇しないことが確認された。

なお、磁性体はそのキュリー点以上の温度に上昇しないことは、磁性体がキュリー点以上では磁性を失ない、発熱を生じないことによるものである。

## 【 0 0 1 0 】

以上に示したマイクロ波照射による磁性体の発熱挙動は、吸着物質を含有する吸着剤の加熱方法として非常に適していることを示している。

即ち、磁性体の温度がそのキュリー点以上に上昇しないことは、加熱操作を安全に実施し得ることを示す。

また、そのマイクロ波を照射したときの磁性体の昇温速度が大きいことは、吸着剤の加熱に時間がかからず吸着剤を効率よく加熱し得ることを示している。

磁性体のマイクロ波照射によると、通常 2 0 ～ 2 0 0 ℃／分の昇温速度で磁性体を発熱させることができる。

## 【 0 0 1 1 】

本発明によれば、磁性体を吸着剤あるいは吸着剤充填層中に均一に分散させ、この状態でマイクロ波等照射により発熱させることにより、その吸着剤充填層を

むらなく、均一にかつ迅速にさらにエネルギー効率よく所定温度（キュリー点）に加熱することができる。

#### 【0012】

磁性体をマイクロ波等照射により発熱させる場合、前記したように、その発熱温度は、マイクロ波等強度に格別依存することなく、一定の温度（キュリー点近く）となる。従って、磁性体を分散させた吸着剤あるいは吸着剤充填層をマイクロ波等照射して加熱する場合、そのマイクロ波等強度が弱い箇所でも強い箇所でも一定の温度（キュリー点近く）となることから、一方向からのマイクロ波等照射であっても、吸着剤充填層全体を所定温度（キュリー点近く）に均一に加熱することができる。

#### 【0013】

本発明で用いる吸着剤としては、従来公知の各種の吸着剤が用いられる。このような吸着剤には、活性炭、シリカゲル、アルミナ、マグネシア、カルシア、シリカーアリミナ、ゼオライト等が包含される。その吸着剤の形状は、粉末状や繊維状、顆粒状等の種々の形状であることができ、特に制約されない。

#### 【0014】

本発明で用いる磁性体としては、そのキュリー点が50～350℃、好ましくは100～200℃であるものが用いられる。このような磁性体には、ニッケル亜鉛フェライトなどの軟磁性フェライト（キュリー点100～350℃）、イットリウム鉄ガーネットなどのガーネット系フェライト（キュリー点100～300℃）、鉄クロムなどの合金（キュリー点50～350℃）、ニッケルなど金属単体（キュリー点300℃以上）等が包含される。

#### 【0015】

本発明においては、吸着剤に対し、磁性体の存在下でマイクロ波等照射を行うが、この場合、吸着剤は、通常、容器やカラム等に充填された充填層の形態で用いられる。この充填層を均一加熱するには、磁性体は、その充填層に均一に分散させることが好ましい。

#### 【0016】

磁性体が均一に分散した充填層を得る方法としては、吸着剤を容器やカラムに

充填する際に、その吸着剤に磁性体を均一に混合分散させ、この混合物を充填する方法がある。吸着剤と磁性体を混合する場合、磁性体の形状は、その吸着剤と均一混合しやすい形状であればよく、吸着剤の形状に応じて、粉末状や顆粒状等の形状で用いられる。また、吸着剤と磁性体混合物からなる成形物や、磁性体を吸着剤に含有させたり、担持させたものを用いる方法も好ましい方法である。

## 【0017】

充填塔内に吸着剤と磁性体を混合充填する場合、その磁性体の割合は、吸着剤（吸着物質を含有しない状態）と磁性体の合計量に対して、0.05～50容積%、好ましくは0.1～20容積%、より好ましくは0.5～10容積%である。

## 【0018】

本発明で用いる好ましい吸着剤は、あらかじめその吸着剤に磁性体を担持ないし含有させたものである。このような吸着剤は、粉末状の吸着剤と粉末状の磁性体との混合物を、所要形状に成形することによって得られる成形物である。この場合、成形助剤としてバインダーが用いられるが、このバインダーは従来慣用されているものであればよく、例えば、水、ペントナイト、水ガラス、高分子物質等が用いられる。

また、吸着剤を合成する段階で部分的又は全体的に磁性を持たせる方法で作られたものや、吸着剤に超微粒子状の磁性体を担持・付着させたものや、磁性体粒子表面に吸着剤を付着させたもの等も好ましい吸着剤である。

この成形物の形状は、球形状、円柱状、円筒状等の各種の形状であることができる。

## 【0019】

このような成形物や磁性体を担持させた吸着剤は、その中に磁性体を含むことから、これにマイクロ波等を照射すると、発熱を生じる。本発明においては、その成形物中や吸着剤中の磁性体の割合は、0.05～50容積%、好ましくは0.1～20容積%、より好ましくは0.5～10容積%の範囲に設定するのがよい。

## 【0020】



本発明で用いるマイクロ波において、その波長は10MHz～25GHz、好ましくはISM周波数帯である。一般的には、約2.45GHzのマイクロ波が用いられる。また、本発明で用いる高周波において、その波長は、1kHz～10MHz、好ましくは10kHz～1MHzである。

#### 【0021】

本発明の方法を好ましく実施するには、先ず、吸着工程において、磁性体を分散させた吸着剤あるいは充填層に対して、吸着性物質を含む気体を流通させて、該吸着剤に吸着性物質を吸着させる。

次に、脱着工程において、その充填層にマイクロ波等を照射する。充填層に存在する磁性体は、このマイクロ波等を吸収して発熱を生じ、その発熱により吸着剤は加熱される。これにより、吸着剤中に含有される吸着物質は脱着され、回収される。吸着性物質が有機溶剤である場合、脱着工程で吸着剤から脱着されたガス状の有機溶剤は、冷却液化され、回収される。

#### 【0022】

吸着剤に吸着される吸着性物質には、揮発性有機物質（例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族系溶剤や、アルコール、有機アミン、ケトン、アルデヒド等）や、極性ガス（亜硫酸ガス、炭酸ガス、含窒素ガス等）がある。

#### 【0023】

##### 【実施例】

次に本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

#### 【0024】

##### 実施例1

吸着剤としての疎水性ゼオライトと磁性体としてのニッケル亜鉛フェライト（キュリー点140℃）の混合物（ニッケル亜鉛フェライトの含有量：20容積％）をプレス成型して（粒径約1mm）1gを、直径：8mmのガラス管に充填して、吸着カラムを作製した。

次に、この吸着カラムに、吸着性物質としてベンゼン500ppmを含むヘリウムを温度25℃で流通させて、そのベンゼンを吸着カラムに吸着させた。

次に、この吸着カラムに、ヘリウムを流通させながら、マイクロ波（300W

、波長：2. 4 5 G H z ) を照射した。その結果、吸着カラムは、急速（昇温速度：約 1 5 0 ° C / 分）に温度上昇し、その温度はマイクロ波照射 1 分間でニッケル亜鉛フェライトのキュリー点である 1 4 0 ° C 近辺に到達し、この温度に一定した。

吸着カラムを流通するヘリウム中のベンゼン濃度は、マイクロ波照射直後から一気に上昇し、マイクロ波照射開始後 5 分間でその吸着剤に吸着していたベンゼンは全量脱着された。この脱着ベンゼンを含むヘリウムは、これを冷却することにより、そのヘリウム中に含まれるベンゼンを液化回収した。

【 0 0 2 5 】

#### 【発明の効果】

本発明による吸着剤の加熱再生方法によれば、スチームを用いる必要がないことから、高い熱効率で吸着物質を脱着させることができる。しかも、装置もコンパクトなものとなることから、ランニングコストも大幅に低減化される。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

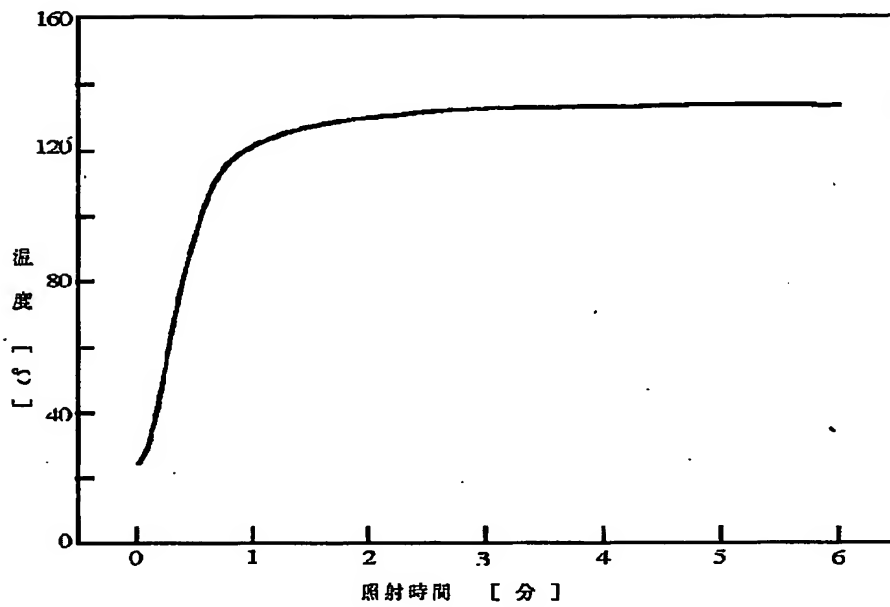
磁性体にマイクロ波を照射したときのその温度の時間変化を示す図である。

##### 【図 2】

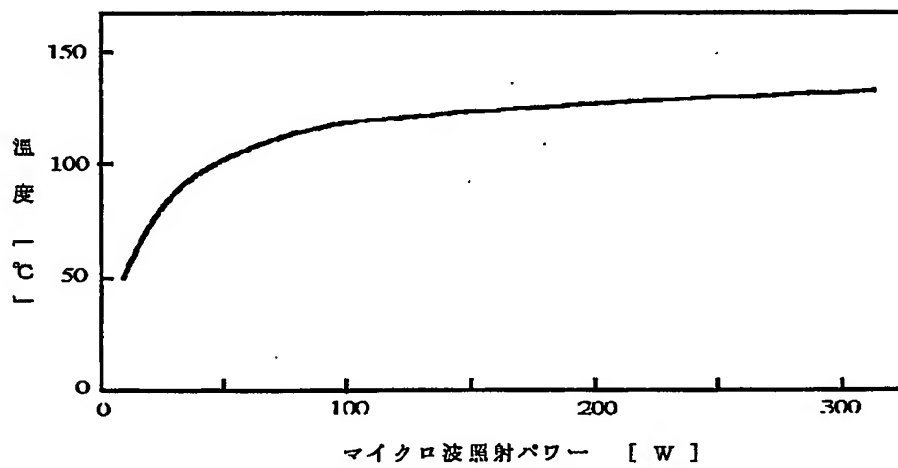
磁性体にマイクロ波を照射したときのその温度と照射パワーの関係を示す図である。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 吸着剤を含有する吸着剤の加熱再生方法において、その加熱再生を簡便かつ効率よく実施し得る方法を提供する。

【解決手段】 吸着剤に吸着された吸着物質を加熱脱着させて該吸着剤を再生する方法において、該吸着物質を含有する吸着剤に、キュリー点が50～350℃の磁性体の存在化でマイクロ波を照射又は高周波を印加して、該磁性体を発熱させるとともに、この発熱によって該吸着剤を加熱することを特徴とする吸着剤の加熱再生方法。

【選択図】 なし

特 2002-118405

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-118405
受付番号	50200577901
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 4月24日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成14年 4月19日

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301021533]

1. 変更年月日	2001年 4月 2日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区霞が関1-3-1
氏 名	独立行政法人産業技術総合研究所